

M.H.

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

EP 99/6820



REC'D 20 OCT 1999

WIPO

PCT

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

09/787410

## Bescheinigung

Die Kalle Nalo GmbH & Co KG in Wiesbaden/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung eines Folien-  
schlauches auf Cellulosebasis, den eine Einlage verstärkt"

am 24. September 1998 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig das Symbol  
B 29 C 47/02 der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 29. Juni 1999

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

H. H. H.

Aktenzeichen: 198 43 723.4

**Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches auf Cellulosebasis, den eine Einlage verstärkt**

---

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches auf Cellulosebasis, den eine Einlage verstärkt, durch Extrudieren einer

5 wäßrigen Cellulose-N-methyl-morpholin-N-oxid (NMMO)-Lösung auf die Einlage.

Cellulose ist in den üblichen Lösemitteln nicht löslich und hat weder einen Schmelzpunkt oder einen Schmelzbereich und kann daher auch nicht thermoplastisch verarbeitet werden. Aus diesem Grund wird Cellulose normalerweise zur Herstellung von

10 Schlauchhüllen für Nahrungsmittel, wie beispielsweise Wursthüllen, chemisch umgewandelt, wobei diese Verfahren mit einem Abbau der Cellulose verbunden sind, d.h. der durchschnittliche Polymerisationsgrad der Cellulose wird geringer. Derartige Verfahren sind technisch sehr aufwendig und entsprechend teuer im Betrieb.

15 Zur Zeit wird das Viskose-Verfahren beim Extrudieren von Folienschläuchen auf Cellulosebasis bevorzugt. Dabei wird die Cellulose mit Natronlauge und anschließend mit Schwefelkohlenstoff umgesetzt. Auf diese Weise wird eine Cellulosexanthogenatlösung erhalten, die durch eine Spinn- oder Ringdüse in ein sogenanntes Spinn- oder

20 Fällbad extrudiert wird. Mit Hilfe von weiteren Fäll- und Waschbädern wird die Cellulose regeneriert.

Es ist seit langem bekannt, daß Cellulose in Oxiden tertiärer Amine löslich ist, und das zur Zeit am besten geeignete Lösemittel für Cellulose ist N-methyl-morpholin-N-oxid (NMMO). Die Cellulose löst sich darin, ohne sich dabei chemisch zu verändern. Es

25 findet kein Abbau von Celluloseketten statt. Die Herstellung geeigneter Spinnlösungen

ist bekannt (DD 218 104; DD 298 789; US-A 4 145 532; US-A 4 196 282; US-A 4 255 300). Aus den Lösungen lassen sich durch Extrudieren in ein Spinnbad Fäden herstellen (DE-A 44 09 609; US-A 5 417 909). In der WO 95/07811 (= CA 2 149 218) ist auch ein Verfahren zur Herstellung von Cellulose-Schlauchfolien nach dem Aminoxidverfahren

5 offenbart. Kennzeichnend an diesem Verfahren ist die Kühlung der extrudierten Folie mit Kühlgas unmittelbar unterhalb des Ringspalts der Extrusionsdüse. Gemäß der EP-A 662 283 wird die extrudierte Schlauchfolie von innen mit Hilfe von Flüssigkeit gekühlt.

10 Rückgewinnung und Reinigung des NMMO's sind in der DD 274 435 beschrieben. Da die Cellulose in dem Verfahren chemisch nicht umgewandelt wird, ist der apparative Aufwand geringer. Bei dem Aminoxidverfahren fallen keine gasförmigen oder wäßrigen Abfallprodukte an, so daß es keine Probleme bei der Abluft oder dem Abwasser gibt. Es erlangt daher eine zunehmende Bedeutung.

15

In der EP-A 0 686 712 wird die Herstellung von flexiblen Cellulosefasern nach dem N-Methylmorpholin-N-Oxid(NMMO)-Spinnverfahren beschrieben. Darin wird eine Celluloselösung in wasserhaltigem NMMO durch eine Spinndüse ausgepreßt, über eine Luftstrecke in ein NMMO-haltiges, wäßriges Fällbad geführt und anschließend gewaschen, nachbehandelt und getrocknet.

25

Gemäß der WO 93/13670 wird eine nahtlose, schlauchförmige Nahrungsmittelhülle durch Extrudieren einer Lösung von Cellulose in NMMO/Wasser mit Hilfe einer speziellen Extrusionsdüse hergestellt. Zwischen Extrusionsdüse und Fällbad befindet sich eine Luftstrecke. Kennzeichnend für dieses Verfahren ist ein speziell geformter Hohl-  
dom, durch den hindurch die Fällflüssigkeit auch im Innern des Schlauches zirkulieren kann. In der Luftstrecke wird das Innere des extrudierten Schlauches praktisch vollständig von Hohldorn und Fällflüssigkeit ausgefüllt. Der Schlauch wird dabei nicht querverstreckt.

30

In der WO 95/35340 wird ein Verfahren zur Herstellung von Celluloseblasfolien beschrieben, in dem eine in NMMO gelöste, nicht derivatisierte Cellulose verwendet wird. Im Stand der Technik sind Verfahren und Vorrichtungen zur Erzeugung eines faserverstärkten Celluloseschlauches nach dem Viskoseverfahren bekannt, jedoch sind diese

5 Verfahren und Vorrichtungen in der NMMO-Technologie aus folgenden Gründen nicht anwendbar:

- Unterschiedliche Temperaturen der Spinnlösungen
- Unterschiedliche Viskositäten der Spinnlösungen
- Verschiedene Lösungsmittel
- Unterschiedliche Empfindlichkeiten gegen Verdunstung und Verdünnung, Temperaturschwankungen, unterschiedliche Grenztemperaturen.

15 Üblicherweise wird die Cellulose beim Viskoseverfahren im Temperaturbereich von 20 bis 45 °C versponnen. Dagegen liegt die Extrusionstemperatur von Cellulose-NMMO-Lösungen bei 85 bis 115 °C.

Die Viskosität von Cellulose beim Viskoseverfahren beträgt etwa 10 bis 30 Pas, die von NMMO-Lösungen 10 bis 300 Pas, insbesondere 20 bis 200 Pas. Die Cellulose wird beim Viskoseverfahren mit Natronlauge und anschließend mit Schwefelkohlenstoff umgesetzt, während die NMMO-Lösungen organische Lösungen sind.

25 Es ist daher Aufgabe der Erfindung ein Verfahren und eine Vorrichtung so zu gestalten, daß sie zum Beschichten von zu einem Schlauch geformten Einlagen mit Cellulose-NMMO-Lösungen geeignet sind und eine gleichmäßiges Durchdringen der Einlagen mit Cellulose-NMMO-Lösungen ermöglichen

30 Diese Aufgabe wird verfahrensgemäß in der Weise gelöst, daß die Einlage von einer Vorratsrolle abgezogen, mit Emulgatoren, Netz- und/oder Verankerungsmitteln behandelt und zu einer schlauchförmigen Hülle mit überlappender Längsnaht geformt

wird, die vor einem Düsenblock verklebt wird, durch den die Hülle hindurchgeführt und in welchem die Cellulose-NMMO-Lösung auf die Hülle aufgebracht wird und diese durchdringt, um einen einlagenverstärkten Folienschlauch zu erhalten, daß das Innere des Folienschlauches mit einer wäßrigen NMMO-Lösung gefüllt wird und daß der

5 Folienschlauch aus dem Düsenblock aus- und in ein Spinnbad eintritt, in diesem umgelenkt und herausgeführt wird.

In Ausgestaltung des Verfahrens durchläuft die schlauchförmige Hülle eine vor dem Düsenblock befindliche Heizstrecke, in der sie mittels Heißluft auf die Temperatur der extrudierten Cellulose-NMMO-Lösung vorgewärmt wird. In das Innere des Folienschlauches wird nach Verlassen des Düsenblocks zweckmäßig druckgeregelte Stützluft eingeblasen.

15 In Weiterführung des Verfahrens wird der Folienschlauch über eine beheizte Kaliberringscheibe geführt, die von einem Heizmedium in regelmäßigem Kreislauf durchströmt wird.

In Ausgestaltung des Verfahrens wird wäßrige NMMO-Lösung durch den Düsenblock hindurch in das Innere des Folienschlauches eingefüllt und auch abgesaugt, wobei der Zulauf und die Absaugung voneinander räumlich getrennt vorgenommen werden. Dabei wird der Zulauf der wäßrigen NMMO-Lösung im Folienschlauch höhenverstellbar geregelt und erfolgt die Absaugung in der Weise, daß der Pegel im Folienschlauch bis zu 20 mm höher und bis zu 45 mm niedriger gegenüber dem Pegel im Spinnbad variierbar ist.

25 Die weitere Ausgestaltung des Verfahrens ergibt sich aus den Merkmalen der Patentansprüche 7 bis 11.

30 Die Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches auf Cellulosebasis, den eine Einlage verstärkt, durch Extrudieren einer wäßrigen Cellulose-N-Methyl-Morpholin-N-

oxid-(NMMO)-Lösung auf die Einlage, mit einem Düsenblock und einem Spinnbad, zeichnet sich dadurch aus, daß eine Vorratsrolle für die Einlage, eine Umlenkrolle mit einer Einrichtung zum Auftragen von Additiven auf die von der Vorratsrolle über die Umlenkrolle geführte Einlage, eine Formstrecke, in der die Einlage zu einer schlauch-

5 förmigen Hülle mit überlappender Längsnaht geformt wird, vorhanden sind, daß die schlauchförmige Hülle durch den Düsenblock hindurchläuft, dem eine Klebeeinrichtung zum Verkleben der Längsnaht der schlauchförmigen Hülle vorgeschaltet ist und der eine Ringdüse enthält, aus deren Düsenpalt die Cellulose-NMMO-Lösung auf die schlauchförmige Hülle zur Ausformung eines Folienschlauches extrudiert wird, daß 10 zwischen dem Austritt aus dem Düsenblock und dem Spinnbad in einer Spinnkufe eine temperierbare Luftstrecke vorhanden ist, daß nahe dem Boden der Spinnkufe eine Umlenkwalze für den senkrecht in das Spinnbad eintauchenden Folienschlauch angeordnet ist, und daß ein Zulauf- und Absaugrohr für die wäßrige NMMO-Lösung sowie eine Leitung für Stützluft sich im Inneren des Folienschlauches befinden.

15

In Weiterbildung der Vorrichtung ist die Einlage aus der Gruppe Papier, Vlies, Faser-  
servlies, Faserpapier ausgewählt, wobei die Fasern insbesondere lange Hanffasern  
sind. Zusätzlich ist eine Vorwärmeeinrichtung für die schlauchförmige Hülle vor dem  
Düsenblock angeordnet und ist die Vorwärmeeinrichtung über Heißluftleitungen und  
eine Abluftleitung mit einer regelbaren Heizung verbunden, aus der im Kreislauf  
erwärmte Luft in die Vorwärmeeinrichtung strömt und aus welcher abgekühlte Luft in  
die Heizung zurückströmt. Es ist auch möglich, daß die Vorwärmeeinrichtung nicht in  
jedem Fall benötigt wird, so daß sie bei bestimmten Herstellungsvorgängen abgeschal-  
tet bleibt. Es ist auch denkbar, daß die erfindungsgemäße Vorrichtung ohne eine  
25 derartige Vorwärmeeinrichtung betrieben werden kann.

In Ausgestaltung der Erfindung enthält der Düsenblock eine Ringdüse, die mittels  
eines Heizmediums erwärmt ist und sind das Zulauf-, das Absaugrohr und die Leitung  
für die Stützluft des Folienschlauches zentral durch eine Kaliberringscheibe hindurch-

geführt, die konzentrisch zu der Ringdüse im Folienschlauchinneren angeordnet ist und mit dieser einen Ringspalt bildet, durch den der Folienschlauch hindurchläuft.

Die Kaliberringscheibe ist mit dem Heizkreislauf zwecks Beheizung verbunden.

5

In Weiterbildung der Vorrichtung sind das Zulaufrohr und das Absaugrohr innerhalb des Folienschlauches einzeln höhenverstellbar.

Die weitere Ausgestaltung der Vorrichtung ergibt sich aus den Merkmalen der Patentansprüche 18 bis 24.

17

15

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren wird eine weitgehend gleichmäßige Durchdringung der Einlage mit Cellulose-NMMO-Lösung erreicht, so daß nach dem Durchlaufen weiterer Behandlungsstufen, wie Fäll-, Koagulationsbädern ein Verbund eines faserverstärkten Folienschlauches erhalten wird, der gegenüber den Ausgangsstoffen für seine Anwendung verbesserte Eigenschaften hat. Der faserverstärkte Folienschlauch auf Cellulose-NMMO-Basis entspricht in seinen Eigenschaften den bekannten Cellulosefaser- oder Faserdärmen, die aus Cellulosehydrat gefertigt und mit naßverfestigten Fasern aus Cellulose (= Cellulosefaservlies) verstärkt sind.

19

Im folgenden wird die Erfindung anhand der Zeichnungen näher erläutert:

Es zeigen:

25

Fig. 1 eine schematische Schnittansicht der Vorrichtung nach der Erfindung mit hochgestelltem Zulaufrohr im Folienschlauch;

Fig. 2 eine schematische Schnittansicht der Vorrichtung ähnlich derjenigen nach Fig. 1, mit in den Folienschlauch eingeschobenem Zulaufrohr;

30

Fig. 3 eine vergrößerte Schnittansicht gemäß der Stelle A in Fig. 1 und

Fig.en

4a + 4b eine Seiten- und eine Draufsicht auf eine Klebeeinrichtung für eine  
5 schlauchförmige Hülle, geformt aus einer Einlage.

Eine in Fig. 1 gezeigte Vorrichtung 1 zum Extrudieren einer wäßrigen Cellulose-N-methyl-morpholin-N-oxid (NMMO)-Lösung auf eine Einlage umfaßt eine Vorratsrolle 2 für die Einlage 3, eine Umlenkrolle 4, eine Formstrecke 5, einen Düsenblock 7 mit einer Ringdüse und eine Spinnkufe 12, die mit einem Spinn- oder Fällbad 11 gefüllt ist.

Die Einlage 3, bei der es sich um Papier, Vlies, Faserpapier oder Faservlies handelt, wobei die Fasern bevorzugt lange Hanffasern sind, wird von der Vorratsrolle 2 abgezogen und über die Umlenkrolle 4 geführt. Das Faserpapier und das Faservlies werden bei der Herstellung naß verfestigt, indem sie mit verdünnter Viskose, Celluloseacetatlösung oder Kunststofflotten imprägniert werden. In diesen Ausführungsformen kommt die Einlage 3 bevorzugt zum Einsatz. Vor der Umlenkrolle 4 befindet sich eine Antrags-  
15 einrichtung 31, die eine Rasterwalze 32, eine Rakel 33 und ein Abquetschwalzenpaar 34, 35 umfaßt, zum Auftragen von Additiven, wie Emulgatoren, Netz- und/oder Verankerungsmitteln, auf die Einlage 3. Nach dem Umlenken der Einlage 3 über die Umlenkrolle 4 erfolgt in der Formstrecke 5 durch eine nicht gezeigte Formschulter die Bildung einer schlauchförmigen Hülle 6 mit überlappender Längsnaht 38 (siehe Fig. 4a).

Die schlauchförmige Hülle 6 bzw. der daraus entstehende Formschlauch 10 wird durch eine senkrecht absteigende Verspinnung gefertigt. Hierzu durchläuft die Hülle 6 die Ringdüse 21 im Düsenblock 7, durch deren Düsenpalt die Cellulose-NMMO-Lösung auf die Hülle 6 zum Ausformen des Folienschlauches 10 extrudiert wird. Zuvor wird die Längsnaht der Hülle 6 vor dem Düsenblock 7 durch eine in den Fig.en 4a und 4b näher  
25 gezeigte Klebeeinrichtung 25 verklebt, wobei sich als Kleber reines NMMO oder  
30



Cellulose-NMMO-Lösungen bei Temperaturen zwischen 15 und 110 °C, insbesondere bei der Temperatur der aufzutragenden Cellulose-NMMO-Lösung eignen.

Die extrudierte Cellulose-NMMO-Lösung beschichtet und durchdringt die schlauchförmige Hülle 6 gleichmäßig. Der für die Durchdringung erforderliche Druck wird durch die Geometrie eines Ringspalt 26 im Düsenkörper 7 aufgebaut, dessen Spaltbereich 0,1 bis 5 mm, insbesondere 0,5 bis 1,5 mm beträgt. Der Ringspalt 26 wird durch eine Kaliberscheibe 8 und die Innenseite der Ringdüse 21 gebildet.

Nach dem Austritt aus dem Düsenkörper 7 durchläuft der Folienschlauch 10 eine Luftstrecke 9, bevor er in das Spinnbad 11 in der Spinnkufe 12 eintaucht. In der Luftstrecke 9 kann bei Bedarf eine Temperaturbehandlung mit temperierter Luft stattfinden, wobei erwärmte Luft den Verfestigungsvorgang der Cellulose-NMMO-Lösung verzögert und kühle Luft diesen Vorgang beschleunigt.

Anstelle des einseitigen Aufbringens der Cellulose-NMMO-Lösung auf die Außenseite der Hülle 6 kann die Cellulose-NMMO-Lösung auch beidseitig d.h. sowohl auf die Außen- als auch Innenseite der Hülle 6 aufgebracht werden.

Als äußere Ringdüse fungiert dabei die Ringdüse 21, während die innere Ringdüse an die Stelle der Kaliberringscheibe 8 in den Figuren 1 und 2 tritt. Die innere Ringdüse ist, ähnlich wie die Kaliberringscheibe, beheizbar. Bei dieser Behandlungsvariante können der äußere und der innere Cellulose-NMMO-Lösungsfilm in räumlichem Abstand voneinander aufgebracht werden, d.h. zeitverzögert.

Das Spinnbad 11 besteht aus einer wäßrigen NMMO-Lösung mit 5 bis 50 Gew.-%igem, insbesondere 8 bis 20 Gew.-%igem NMMO-Anteil. Eine Vorwärmeeinrichtung 15 ist vor dem Düsenblock 7 angeordnet und über Heißluftleitungen 22, 23 und eine Abluftleitung 24 mit einer regelbaren Heizung 17 verbunden. Die aus der Ringdüse 21 extrudierte wäßrige Spinnlösung ist eine Cellulose-NMMO-Lösung mit 75 bis 90 Gew.-%

%, insbesondere 87,7 Gew.-% Morpholinanteil. Die Spinnlösung wird mittels einer nicht gezeigten Spinnpumpe einseitig in die Ringdüse 21 eingebracht und in dieser über eine nicht gezeigte Verteilerscheibe über den Umfang weitgehend gleichmäßig über den Düsenpalt verteilt. Die Ringdüse 21 besitzt einen Doppelmantel 32 zur Erwär-

5 mung der Ringdüse 21 auf die Temperatur der Morpholinlösung, wobei für die Erwärmung ein Heizmedium vorgesehen ist, das den Doppelmantel 32 durchströmt und in einem geregelten Heizkreislauf 16 erwärmt wird, der über Leitungen mit dem Doppelmantel 32 verbunden ist. Der aus dem Düsenblock 7 extrudierte Folienschlauch 10 durchläuft die Luftstrecke 9, in der er mittels Druckluft aufgeweitet und geringfügig querverstreckt wird. Der aufgeweitete Folienschlauch 10 hat keinen Kontakt mit der Außenseite eines Rohrs 29, das sich über die Unterseite des Düsenblocks 7 hinaus nach unten erstreckt. Die Luftstrecke beträgt 1 bis 1000 mm, insbesondere 200 bis 500 mm. Das Rohr 29 umschließt ein Zulauf- und ein Absaugrohr 18 bzw. 19 für eine Innenbadlösung 31, die den Folienschlauch 10 füllt. Diese Innenbadlösung 31 ist eine 15 wässrige NMMO-Lösung mit 5 bis 50 Gew.-%, insbesondere 8 bis 20 Gew.-% NMMO-Anteil. Das Zulauf- und das Absaugrohr 18 bzw. 19 ragen in den senkrecht nach unten in das Spinnbad 11 eintauchenden Folienschlauch 10 hinein. Zu Beginn des Einfüllens der Innenbadlösung 31 in den Folienschlauch 10 nimmt das Zulaufrohr 18 eine obere Position ein, wie dies in Fig. 1 gezeigt ist. Sobald der Folienschlauch mit der Innenbadlösung gefüllt ist, wird das Zulaufrohr 18 in eine Position in den Folienschlauch 10 20 eingeschoben, die sich knapp oberhalb einer Umlenkwalze 13 für den Folienschlauch 10 befindet, wie dies aus Fig. 2 zu entnehmen ist. Das Zulaufrohr 18 ist innerhalb des senkrecht eintauchenden Folienschlauchs 10 höhenverstellbar, ebenso das Absaugrohr 19.

25 Durch eine Leitung 20 für Stützluft wird Luft mit einem Überdruck von 0,1 bis 10 mbar in das Innere des Folienschlauchs 10 geleitet. Dieser Überdruck bewirkt eine geringe Aufweitung des aufgeblasenen Folienschlauchs in der Luftstrecke 9 unmittelbar nach seinem Austritt aus dem Düsenblock 7. Der in das Spinnbad 11 eintauchende Folienschlauch 10 wird nahe dem Boden der Spinnkufe 12 umgelenkt. Hierzu ist die Umlenk- 30

walze 13, bei der es sich um eine angetriebene umlaufende Walze handelt, vorgesehen, um die der Folienschlauch 10 herumgeführt wird. Nach der Umlenkung wird der Folienschlauch innerhalb des Spinnbades 11 schräg nach oben aus dem Spinnbad herausgeführt. Der schräg nach oben verlaufende Folienschlauch 10 wird knapp

5 unterhalb der Oberfläche des Spinnbades durch den Druck des Spinnbades zusammengequetscht und im flachgelegten Zustand aus dem Spinnbad 11 hinausgeführt. Abstreifer 14 zu beiden Seiten des zusammengelegten Folienschlauchs 10 streifen die überschüssige Spinnbadlösung beidseitig ab. Die Breite des flachgelegten Folienschlauches 10 wird möglichst konstant gehalten. Jede Abweichung der Breite des flachgelegten Folienschlauches 10 von dem gewünschten Sollwert führt zu einer Nachregelung der auf den Folienschlauch 10 ausgeübten Zugspannung, um den vorgegebenen Sollwert einzuhalten.

Fig. 2 unterscheidet sich von Fig. 1 nur darin, daß das Zulaufrohr 18 in Fig. 2 im Vergleich zu Fig. 1 soweit in den senkrecht eintauchenden Folienschlauch 10 eingeschoben ist, daß sich die Mündung des Zulaufrohrs knapp oberhalb der Umlenkwalze 13 befindet. Das Spinnbad 11 und die Innenbadlösung 31 sind, wie schon zuvor erwähnt wurde, wäßrige NMMO-Lösungen, die zu Beginn der Extrusion des Folienschlauchs 10 gleichgroße NMMO-Konzentrationen aufweisen. Mit fortschreitender Extrusion wird zunächst die NMMO-Konzentration der Innenbadlösung 31 ansteigen, da Morpholin während der Celluloseregenerierung die Einlage 3 durchdringt und in die Innenbadlösung 31 eintritt und sich dort anreichert. Da Morpholin eine höhere Dichte als Wasser besitzt, steigt die Konzentration bzw. Dichte der NMMO-Lösung in Richtung der Umlenkwalze 13 innerhalb des Folienschlauchs 10 an. Die Konzentration der NMMO-Lösung des Spinnbades 31 ändert sich praktisch nicht, da das von dem Folienschlauch an das Spinnbad 11 abgegebene Morpholin wegen des großen Volumenunterschieds zwischen Folienschlauch und Spinnbad nur vernachlässigbar geringfügig die NMMO-Konzentration des Spinnbades 11 anheben kann. Bei der Innenbadlösung 31 im Folienschlauch 10 käme es ohne Regelung der NMMO-Konzentration der Innenbadlösung 31 zu unterschiedlichen Koagulationsbedingungen sowie zu einer

Durchmesseränderung des Folienschlauchs 10. Durch die ständige Zufuhr und das Absaugen der Innenbadlösung 31 über das Zufuhr- und das Absaugrohr 18 bzw. 19 kommt es zu einer stetigen Erneuerung der Innenbadlösung 31, d.h. die an Morpholin angereicherte Innenbadlösung 31 nahe der Umlenkwalze 13 wird verdünnt, so daß die

5 NMMO-Konzentration der Innenbadlösung 31 nahe der Umlenkwalze 13 kleiner oder höchstens gleich groß wie die NMMO-Konzentration des Spinnbades 11 ist. Der auf den Folienschlauch 10 ausgeübte Zug zusammen mit dem Druck des Spinnbades 11 reichen aus, um den Folienschlauch 10 entlang einer Kontaktstrecke 27 an die Umlenkwalze 13 so anzudrücken, daß er mehr oder weniger flachgelegt ist, wie dies aus den Fig. 1 und 2 ersichtlich ist. Dadurch stellen sich in dem Folienschlauch über die gesamte Länge von knapp unterhalb der Oberfläche des Spinnbades 11 bis nahe zu der Umlenkwalze 13 gleichbleibende Druckverhältnisse ein, die dafür sorgen, daß das Kaliber bzw. der Durchmesser des Folienschlauchs 10 konstant ist und keine Schwankungen bzw. Einschnürungen aufweist. Die Dichte der Innenbadlösung 31 ist somit  
15 abhängig von dem Durchsatz an Innenbadlösung bzw. Morpholin-Lösung, der Innenbadmenge und der Eintauchtiefe des Zulaufrohres 18 bzw. der Einspeisestelle frischer Morpholin-Lösung in die Innenbadlösung 31. Die Position bzw. die Stelle, an der die Innenbadlösung 31 in den Folienschlauch 10 einströmt, beeinflusst im wesentlichen die Kaliberkonstanz, die Innenbadhöhe im aufsteigenden Folienschlauch 10 nach der Umlenkwalze 13 und die Stelle zum Entfernen der Innenbadlösung 31 aus dem Inneren des Folienschlauchs.

Fig. 3 zeigt den Ausschnitt gemäß der Stelle A in Fig. 1 in vergrößertem Maßstab. Das Rohr 29 ist etwa 50 bis 100 mm in die Innenbadlösung im Inneren des Folienschlauchs eingetaucht. Das Absaugrohr 19 befindet sich in einer Position, in der sich ein Rohrpegel 30 innerhalb des Rohrs 29 einstellt, der bis zu 20 mm höher oder bis zu 45 mm tiefer als ein Innenbadpegel 28 der Innenbadlösung des Folienschlauchs 10 ist. Mit anderen Worten bedeutet dies, daß das Absaugrohr 19 eine Position einnimmt, in der die Innenbadlösung so abgesaugt wird, daß sich der Innenbadpegel 30 in dem  
25 Abstand von bis zu 20 mm höher oder bis zu 45 mm tiefer als der Rohrpegel 28  
30

einstellt. Der höchste und der tiefste Rohrpegel 30 sind durch strichpunktierte Linien  $30_{\max}$  und  $30_{\min}$  in Fig. 3 angedeutet. Die Absaugung beginnt üblicherweise unterhalb des Pegels des Spinnbades 11, so daß die darüber befindliche Luftstrecke 9 und die dort herrschenden Druckbedingungen keinen Einfluß auf die Innenbadlösung haben

5 und somit auch keine Kaliberschwankungen des Folienschlauchs 10 bewirken können. Erfolgt die Absaugung oberhalb des Pegels des Spinnbades 11 ist der Einfluß der Druckbedingungen in der Luftstrecke 9 auf den Folienschlauch 10 vernachlässigbar, da dieser durch die Einlage so weit formstabil ist, daß er kaum noch Kaliberschwan-

15 Durch die Einstellung der Eintauchtiefe des Zufuhrrohrs 18 und die stetige Erneuerung der Innenbadlösung wird die Dichte der Innenbadlösung 31 auf einem gleichbleibenden Wert gehalten, der zu der Einschnürung des Folienschlauchs 10 entlang der Kontaktstrecke 27 der Umlenkwalze 13 führt und den Pegel der Innenbadlösung 31 im aufsteigenden Folienschlauch 10 bei beliebig langer Laufzeit konstant gegenüber der Oberfläche des Spinnbads 11 einstellt, so daß es nicht mehr zu unruhigem Lauf und Kaliberschwankungen des Folienschlauchs kommt. Die stetige Erneuerung bzw. die Mindestzufuhr an Innenbadlösung 31 ist für jede Extrusions- bzw. Abzugsgeschwindigkeit des Folienschlauchs eigens zu ermitteln.

25 Der aus dem Spinnbad 11 austretende Folienschlauch 10 durchläuft nachfolgend nicht gezeigte Fäll- und Waschkufen, und kann beispielsweise noch mit Weichmachern behandelt und anschließend getrocknet werden, bevor er aufgewickelt und weiterverarbeitet wird.

30 In den Figuren 4a und 4b sind eine Seiten- und eine Draufsicht der Klebeeinrichtung 25 schematisch dargestellt. Die Klebeeinrichtung 25 umfaßt einen hohlen feststehenden Finger 36 mit einem Schlitz 37, aus dem der Kleber, der im Inneren des Fingers 36 fließt, auf die Längsnaht 38 der schlauchförmigen Hülle 6 aufgebracht wird. Die Hülle 6 bewegt sich dabei senkrecht in Pfeilrichtung an dem Finger 36 vorbei.

Der Folienschlauch 10 kann auch alternativ oder zusätzlich zu der Stützluft über ein Rohr, einen Ring oder einen Breithalter in Flachform faltenfrei aufgespannt werden.

Neben der anhand der Figuren 1 bis 4b beschriebenen Behandlung des Folienschlauches 10 in dem Spinnbad 11 mit komplettem Eintauchen des Folienschlauches in das

- 
- 5 Spinnbad, wobei das Schlauchinnere zum Druckausgleich mit einem Innenbad gefüllt ist und der Innenbadpegel 28 abweichend von dem Rohrpegel 30 in dem Rohr 29 bzw. von dem Außenpegel des Spinnbades 11 regulierbar ist, kann auch, im Falle der zuvor beschriebenen doppelseitigen Beschichtung mit Cellulose-NMMO-Lösung, ein NMMO-Lösungsfilm sowohl auf die Außen- als auch die Innenseite des Folienschlauches 10 mittels einer äußeren und einer inneren Ringdüse aufgebracht werden.
-

### Patentansprüche

---

1. Verfahren zur Herstellung eines Folienschlauches auf Cellulosebasis, den eine Einlage verstärkt, durch Extrudieren einer wäßrigen Cellulose-N-methyl-morpholin N-oxid (NMMO)-Lösung auf die Einlage, dadurch gekennzeichnet, daß die Einlage von  
5 einer Rolle abgezogen, mit Emulgatoren, Netz- und/oder Verankerungsmitteln behandelt und zu einer schlauchförmigen Hülle mit überlappender Längsnaht geformt wird, die vor einem Düsenblock verklebt wird, durch den die Hülle hindurchgeführt und in welchem die Cellulose-NMMO-Lösung auf die Hülle aufgebracht wird, und diese  
10 durchdringt, um einen einlagenverstärkten Folienschlauch zu erhalten, daß das Innere des Folienschlauches mit einer wäßrigen NMMO-Lösung gefüllt wird und daß der Folienschlauch aus dem Düsenblock aus- und in ein Spinnbad eintritt, in diesem umgelenkt und herausgeführt wird.
- 15 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die schlauchförmige Hülle eine vor dem Düsenblock befindliche Heizstrecke durchläuft, in der sie mittels Heißluft auf die Temperatur der extrudierten Cellulose-NMMO-Lösung vorgewärmt  
wird.
- 20 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in das Innere des Folienschlauches nach dem Verlassen des Düsenblocks druckgeregelte Stützluft eingeblasen wird.
- 25 4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Folienschlauch über eine beheizte Kaliberringscheibe geführt wird, die von einem Heizmedium im geregelten Kreislauf durchströmt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige NMMO-Lösung durch den Düsenblock hindurch in das Innere des Folienschlauches eingefüllt und auch abgesaugt wird, wobei der Zulauf und die Absaugung voneinander räumlich getrennt vorgenommen werden.

---

5

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Zulauf der wäßrigen NMMO-Lösung im Folienschlauch höhenverstellbar geregelt wird und daß die Absaugung in einer Weise erfolgt, daß der Pegel im Folienschlauch bis zu 20 mm höher und bis zu 45 mm niedriger gegenüber dem Pegel im Spinnbad variierbar ist.

10

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Folienschlauch nach dem Austritt aus dem Düsenblock eine Luftstrecke bis zum Eintritt in das Spinnbad durchläuft und daß in der Luftstrecke eine äußere Temperaturbehandlung stattfindet, welche die Verfestigungsgeschwindigkeit der Cellulose-NMMO-Lösung des Folienschlauches regelt.

15

8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Folienschlauch senkrecht in das Spinnbad eintaucht und unter Aufrechterhaltung einer konstanten Zugspannung durch eine nahe zum Kufenboden des Spinnbades mitlaufende, angetriebene Umlenkwalze umgelenkt und schräg nach oben aus dem Spinnbad herausgeführt wird.

20

9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Längsnaht der schlauchförmigen Hülle mit reinem NMMO oder einer Cellulose-NMMO-Lösung bei einer Temperatur von 15 bis 110 °C, insbesondere bei der Temperatur der im Düsenblock extrudierten Cellulose-NMMO-Lösung, geklebt wird.

25

10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Cellulosegehalt der extrudierten Cellulose-NMMO-Lösung 1 bis 15 Gew.-%, insbesondere 3 bis 7



Gew.-%, bezogen auf die Gesamtlösung beträgt und daß der durchschnittliche Polymerisationsgrad im Bereich von 250 bis 800, insbesondere von 300 bis 500 liegt.

11. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige NMMO-

5 Lösung des Spinnbades eine NMMO-Konzentration von 5 - 50 Gew.-%, insbesondere von 8 bis 20 Gew.-% aufweist und daß das Spinnbad auf 0 bis 50 °C, insbesondere 2 bis 20 °C temperiert wird.

12. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches auf Cellulosebasis, den eine

1 Einlage verstärkt, durch Extrudieren einer wäßrigen Cellulose-N-methyl-morpholin N-oxid (NMMO)-Lösung auf die Einlage, mit einem Düsenblock (7) und einem Spinnbad (11), dadurch gekennzeichnet, daß eine Vorratsrolle (2) für die Einlage (3), eine Umlenkrolle (4) mit einer Einrichtung zum Auftragen von Additiven auf die von der Vorratsrolle über die Umlenkrolle geführte Einlage, eine Formstrecke (5) in der die  
15 Einlage (3) zu einer schlauchförmigen Hülle (6) mit überlappender Längsnaht geformt wird, vorhanden sind, daß die schlauchförmige Hülle (6) durch den Düsenblock (7) hindurchläuft, dem eine Klebeeinrichtung (25) zum Verkleben der Längsnaht der schlauchförmigen Hülle (6) vorgeschaltet ist und der eine Ringdüse (21) enthält, aus deren Düsenpalt die Cellulose-NMMO-Lösung auf die schlauchförmige Hülle (6) zur  
20 Ausformung eines Folienschlauches (10) extrudiert wird, daß zwischen dem Austritt aus dem Düsenblock (7) und dem Spinnbad (11) in einer Spinnkufe (12) eine temperierbare Luftstrecke (9) vorhanden ist, daß nahe dem Boden der Spinnkufe (12) eine Umlenkwalze (13) für den senkrecht in das Spinnbad eintauchenden Folienschlauch (10) angeordnet ist und daß ein Zulauf- und Absaugrohr (18,19) für die wäßrige  
25 NMMO-Lösung sowie eine Leitung (20) für Stützluft sich im Inneren des Folienschlauches (19) befinden.

13. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Einlage (3) aus der Gruppe Papier, Vlies, Faservlies, Faserpapier ausgewählt ist, wobei die Fasern insbesondere lange Hanffasern sind.

14. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß eine Vorwärmeeinrichtung (15) für die schlauchförmige Hülle (6) vor dem Düsenblock (7) angeordnet ist und daß die Vorwärmeeinrichtung (15) über Heißluftleitungen (22,23) und eine Abluftleitung (24) mit einer regelbaren Heizung (17) verbunden ist, aus der im Kreislauf erwärmte Luft in die Vorwärmeeinrichtung (15) strömt und aus welcher abgekühlte Luft in die Heizung (17) zurückströmt.

15. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Düsenblock (7) eine Ringdüse (21) enthält, die mittels eines Heizmediums erwärmt ist und daß das Zulauf-, das Absaugrohr (18,19) und die Leitung (20) für die Stützluft des Folienschlauches (10) zentral durch eine Kaliberringscheibe (8) hindurchgeführt sind, die konzentrisch zu der Ringdüse (21) im Folienschlauchinneren angeordnet ist und mit dieser einen Ringspalt (26) bildet, durch den der Folienschlauch (10) hindurchläuft.

16. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Kaliberringscheibe (8) mit dem Heizkreislauf (16) zwecks Beheizung verbunden ist.

17. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß das Zulaufrohr (18) und das Absaugrohr (19) innerhalb des Folienschlauches (10) einzeln höhenverstellbar sind.

18. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß das Zulaufrohr (18) zum Einfüllbeginn der wäßrigen NMMO-Lösung in den Folienschlauch (10) in einer oberen Position angeordnet ist und mit Beginn des kontinuierlichen Betriebes eine Position knapp oberhalb der Umlenkrolle (13) einnimmt.

19. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß das Heizmedium die Ringdüse (21) durchströmt und in einem geregelten Heizkreislauf (16) geführt ist.

---

5 20. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Luftstrecke (9) 1 bis 1000 mm, insbesondere 200 bis 500 mm beträgt und daß bei Bedarf der Folienschlauch (10) zum Verzögern seiner Verfestigung erwärmbar bzw. zum Beschleunigen seiner Verfestigung in der Luftstrecke (9) abkühlbar ist.

10 21. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die nahe dem Boden der Spinnkufe (12) angeordnete Umlenkwalze (13) angetrieben ist und eine konstante Zugspannung auf den senkrecht absteigenden Folienschlauch (10) ausübt.

15 22. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß der Folienschlauch (10) entlang einer Kontaktstrecke (27) auf der Umlenkwalze (13) infolge der auf den Folienschlauch (10) ausgeübten Zugspannung flach anliegt.

20 23. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß das Spinnbad (11) und die wäßrige NMMO-Lösung im Folienschlauch (10) zu Beginn der Extrusion des Folienschlauches (10) gleich große NMMO-Konzentrationen aufweisen.

25 24. Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Überdruck der Stützluft im Folienschlauch (10) im Bereich der Luftstrecke (9) 0,1 bis 10 mbar beträgt.

5

## Zusammenfassung

---

**Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung eines Folienschlauches auf Cellulosebasis, den eine Einlage verstärkt**

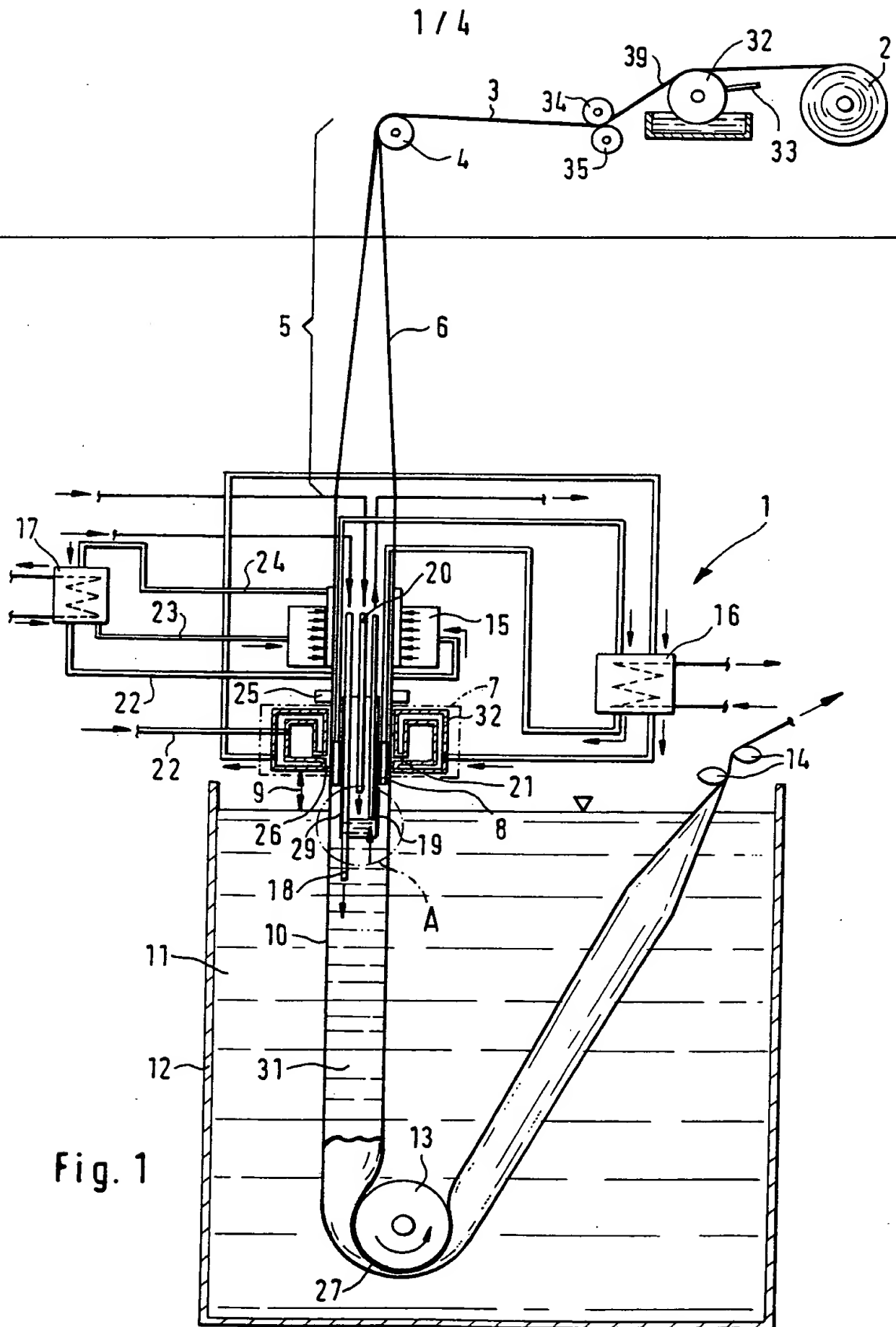
10

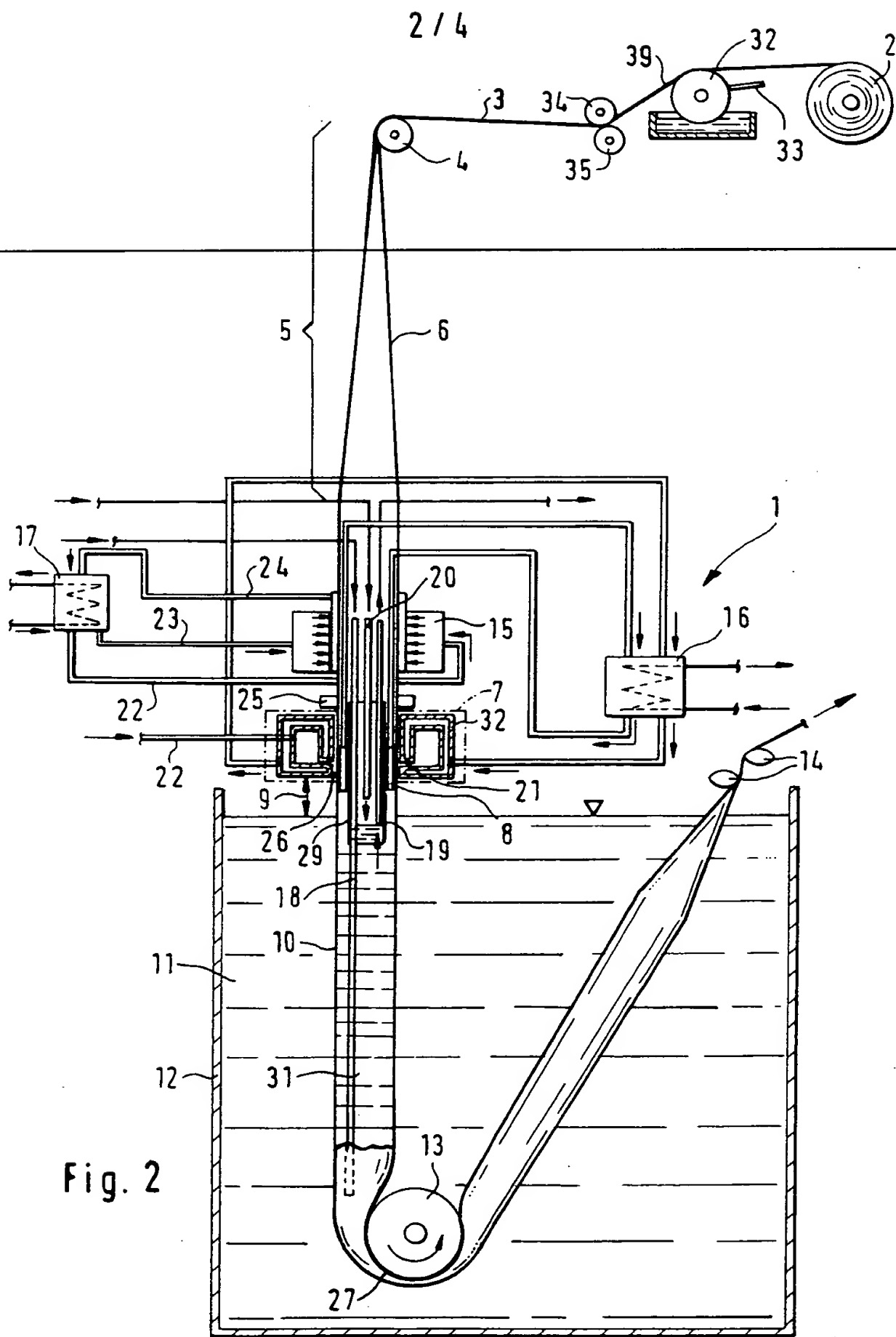
Ein Folienschlauch 10 auf Cellulosebasis wird durch Extrudieren einer wäßrigen Cellulose-N-methyl-morpholin-N-oxid (NMMO)-Lösung auf eine Einlage 3 durch eine Ringdüse 21, hergestellt. Der Folienschlauch 10 wird durch senkrecht absteigende Verspinnung in eine Spinnkufe 12, in der sich ein Spinnbad 11 befindet, gefertigt. Der in das Spinnbad 11 eintauchende Folienschlauch 10 durchläuft eine Luftstrecke 9 zwischen der Unterseite eines Düsenblocks 7 und der Oberfläche des Spinnbades 11 und wird mit Druckluft im Inneren beaufschlagt, gestützt und geringfügig querverstreckt. In den Folienschlauch 10 wird eine Innenbadlösung 31 über ein Zulaufrohr 18 eingefüllt. In der Spinnkufe 12 befindet sich nahe dem Boden eine Umlenkwalze 13, um die der Folienschlauch 10 herumgeführt und danach schräg nach oben aus der Spinnkufe 12 herausgeführt wird. Entlang einer Kontaktstrecke 27 der Umlenkwalze 13 wird der Folienschlauch flachgelegt (Fig. 1).

---

15

20





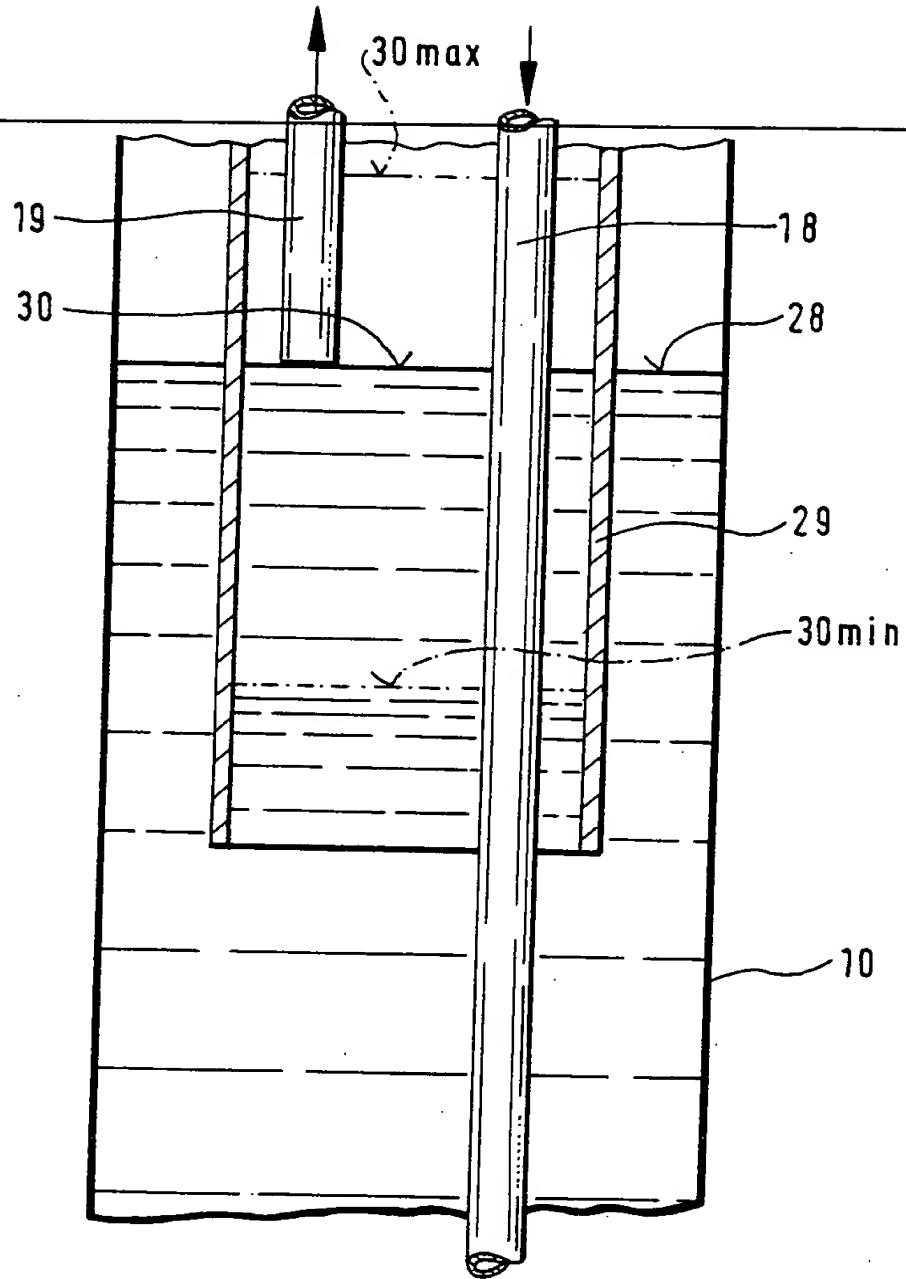


Fig. 3

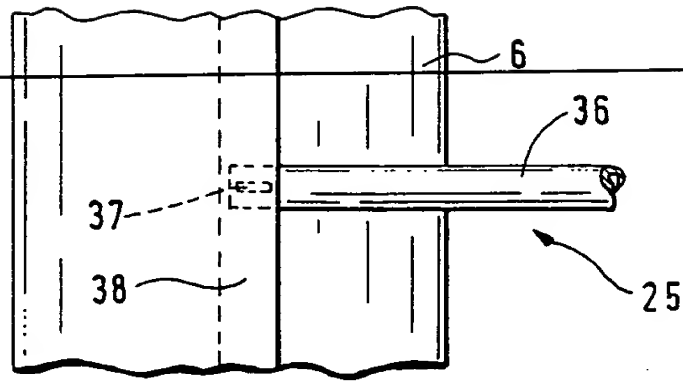


Fig. 4a

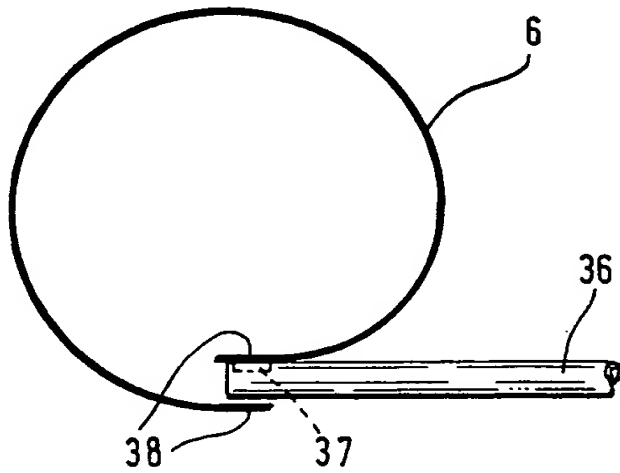


Fig. 4b